

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-019466

(43)Date of publication of application : 23.01.2001

(51)Int.Cl.

G03C 3/081
G03C 3/093
G03C 3/095
G11B 5/73

(21)Application number : 11-192127

(71)Applicant : HITACHI LTD

NIPPON ELECTRIC GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 06.07.1999

(72)Inventor : YAMAMOTO HIROTAKA

NAMEKAWA TAKASHI

NATO TAKASHI

KATO AKIRA

TAKEO NORIYUKI

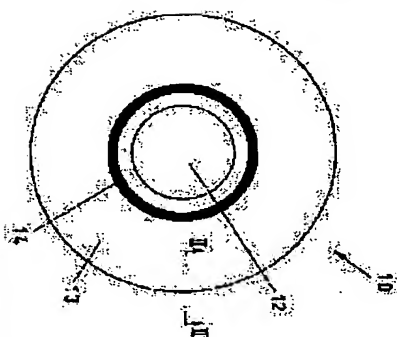
KOSOKABE HIROYUKI

KOBAYASHI MASAHIRO

(54) GLASS SUBSTRATE FOR MAGNETIC DISK

(57)Abstract
PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a glass substrate for a magnetic disk, which has high recording density and high reliability.

SOLUTION: This glass substrate has an information recording surface 13 for recording information on the substrate surface and substantially no chemically strengthened layer, wherein the surface roughness Ra (defined in JIS B 0801) of the information recording surface is 520 nm; water resistance of the glass, measured as described in JIS R 3502, is 50.2 mg (expressed in terms of amount of alkali-eluted matter); and the linear expansion coefficient of the glass at 30-380° C is 60 x 10⁻⁷ to 100 x 10⁻⁷/° C.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[rejection]
[Date of extinction of right]

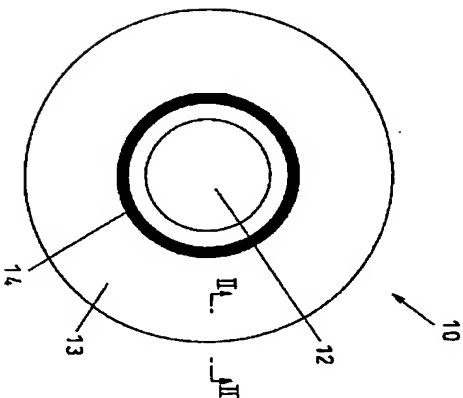
Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	ナノ- ¹ (参考)
C 03 C	3/091	C 03 C	3/091 4G062
	3/093		3/093 5D006
	3/095		3/095
G 11 B	5/73	G 11 B	5/73
審査請求 未請求 請求項の数 6		O L	(全 11 頁)

(21) 出願番号	特願平11-192127	(71) 出願人	000005108 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台四丁目5番地
(22) 出願日	平成11年7月6日 (1999. 7. 6)	(71) 出願人	000232243 日本電気硝子株式会社 滋賀県大津市博風2丁目7番1号
		(72) 発明者	山本 浩貴 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内
		(74) 代理人	100091096 弁理士 平木 祐輔

最終頁に続く

- (54) 【発明の名称】 磁気ディスク用ガラス基板
- (57) 【要約】
【課題】 高記録密度、高信頼性の磁気ディスク用ガラス基板を提供する。
【解決手段】 表面に情報を記録するための情報記録面13が設けられ、実質的に化学強化層が存在せず、情報記録面の面粗さRaが2. 0nm以下、JIS-R3502で測定されるガラスの耐水性が、アルカリ溶出量で0. 2mg以下、30～380℃におけるガラスの線熱膨張係数が60～100×10⁻⁷/℃である磁気ディスク用ガラス基板。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面に情報を記録するための情報記録面が設けられる磁気ディスク用ガラス基板であって、実質的に化学強化層が存在せず、情報記録面の面粗さRaが、2. 0nm以下、JIS-R3502で測定されるガラスの耐水性が、アルカリ溶出量で0. 2mg以下、30～380℃におけるガラスの線熱膨張係数が60～100×10⁻⁷/℃であることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項2】 JIS-R3502で測定されるガラスの耐水性が、アルカリ溶出量で、1mg以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項3】 重量百分率でSiO₂: 50～70%、Al₂O₃: 5～20%、B₂O₃: 6～20%、ZnO: 0～10%、ZrO₂: 0～5%、R₂O: 7. 5～20% (Rはアルカリ金属元素を意味)、Ln₂O₃: 0～10% (LnはGd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb,又はLuを意味)の組成を有することを特徴とする請求項1記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項4】 R₂O (Rはアルカリ金属元素を意味)が、Li₂O: 2～7%、Na₂O: 4～15%、K₂O: 0～15%からなり、かつLi₂O/Na₂Oの比が0. 4～0. 6であることを特徴とする請求項3記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項5】 Ln₂O₃が1～5%であることを特徴とする請求項3記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項6】 基板の端面及び/又は面取り面がエッチング処理されてなることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】
【発明の属する技術分野】 本発明は、磁気ディスク用ガラス基板に係わり、特に化学的耐水性が良好であり、かつ表面の微小傷痕によるクラックの発生が少なく、さらに情報記録部の面粗さが小さい高信頼性、高密度記録に適した磁気ディスク用ガラス基板に関する。

【0002】
【従来の技術】 ノートブック型のパーソナルコンピュータ用の記録媒体として、現在、主に2. 5"の磁気ディスク装置が搭載されている。この2. 5"磁気ディスクの基板としては、従来から一般の磁気ディスク装置に使われているアルミニウム製磁気ディスクに代わり、厚く変形し難く、かつ、表面平滑度が優れたガラス製磁気ディスク基板が用いられている。現在実用化されているこのガラス基板には、ソーダライムを化学強化した化学強化ガラス基板と、結晶化ガラス基板がある。ところで、磁気ディスクの単位面積当りの記録容量を増加させるためには、記録部の磁気ヘッドの浮上量をより低減させる必要があるため、現在もなお、より平滑

な記録面を持つ磁気ディスクの開発が進められている。
【0003】 特開平8-165138号公報には、フロート法成形による大型のガラスディスクの製造に好適なガラス基板用のガラス組成物が記載されている。

【0004】
【発明が解決しようとする課題】 化学強化された非晶質のガラス基板では、研磨技術の進歩とともに磁気ディスクとして要求される平滑な記録面は比較的容易に作り出すことができる。しかし、化学強化ガラスの表面は、置換されたイオン半径の大きいアルカリイオンが化学的に不安定であるため耐腐蝕性に問題があり、長期間の使用の際、あるいは、高温多湿といった環境のもとでこのアルカリイオンが基板表面に移動、析出し、磁性層の磁気特性の劣化、膜の剥がれや結着などの不良を生ずることがある。この場合、磁気ディスクとしての機能を失うことは勿論、すでに記録されている重要なデータが失われるといった致命的な損失を与えることになる。

【0005】 一方の結晶化ガラス基板は、非晶質なガラスの中にそれとは異なる結晶質の微粒子が無数に生成しているため、ガラスと結晶の硬度差により研磨速度が異なり、磁気ディスクに求められている更なる高硬度化に対応できる十分な平滑性を持った記録面を作ることができない。

【0006】 また、特開平8-165138号公報に記載された基板用ガラス組成物は、フロート法で成形できるPDP (プラズマ・ディスプレイ・パネル) 用ガラス基板のものであり、化学的耐水性を増加させるために希土類元素のLaの酸化物を含有させているが、着色料としてNdの酸化物を含有させることができないが、これらのいわゆる希土類を含有させた場合、機械的強度の著しい向上は望めない。従って、これを磁気ディスク用ガラス基板として用いようとする場合には、化学的強化が必須となる。また、その際の化学的安定性は良好とは言えない。本発明の目的は、高記録密度、高信頼性の磁気ディスク用ガラス基板を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 高記録密度、高信頼性の磁気ディスクを提供するためには、そこに使われるガラス基板として、化学強化ガラスや結晶化ガラスの欠点を改善した優れた耐水性と高い面平滑性を両立しなければならぬ。さらに磁気ディスク装置においては、磁気ディスクは、モータの金属製スピンドルに金属やセラミック製のチャックで固定されるため、磁気ディスク用ガラス基板の線熱膨張係数はそれらと整合することが求められる。

【0008】 そこで本発明の磁気ディスク用ガラス基板は、表面に情報を記録するための情報記録面が設けられる磁気ディスク用ガラス基板であって、実質的に化学強化層が存在せず、情報記録面の面粗さRaが2. 0nm以下、JIS-R3502で測定されるガラスの耐水性

が、アルカリ溶出量で0.2mg以下、30～380℃におけるガラスの熱膨張係数が $60 \sim 100 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ であることを特徴とする。本発明の磁気ダイスク用ガラス基板において、配線面の面積 R_a は、2.0nm以下に制限される。これは、配線密度を上げるためには磁気ヘッドの浮上量を低減してガラスの配線面により近付ける必要があるが、配線面の面積 R_a が2.0nmを超える不十分な平滑度では、低浮上化が期待できないためである。

【0009】 JIS-R3502 で測定されるアルカリ溶出量は、0.2mg以下に制限される。これは、ガラスの耐水性が磁気ダイスクの耐水性と密接に関係しており、ガラスの耐水性が低くなる（＝アルカリ溶出量が多くなる）と磁気ダイスクの耐水性も低下するためである。具体的には JIS-R3502 で測定されるアルカリ溶出量が0.2mgを超えると、十分な耐水性を有する磁気ダイスクが得られない、より安定した磁気ダイスク用ガラスとしては、0.1mg以下であることが好ましい。

【0010】ガラスの熱膨張係数は、30～380℃において、 $60 \sim 100 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 、より好ましくは $70 \sim 90 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ に限定される。磁気ダイスク用ガラス基板の熱膨張係数が範囲外から外れると、スピンドルやチャックの移動、気流の変化などによる繰り返しの屈曲やヘンツの移動、気流の変化などによる繰り返しの屈曲変化によってスピンドルの固定がずれ、記録の読み書きができなくなる。

【0011】本発明の基板は、表面部に実質的に化学強化層が形成されていないことを特徴とする。化学強化層が形成されていると、耐水性が低下してしまう。また微小衝撃によるクラックの発生が増加するという問題も生じる。また本発明の基板は、加工による微小傷を取り除くために、その内外面の両面や面取り面が、弗酸、弗酸酸、弗酸酸、パフアード弗酸等でエッチング処理されていることが好ましい。この処理がなされると、化学強化しなくても、化学強化ガラス基板と同等以上の曲げ強度を得ることができる。特にガラス成分として希土類酸化物を含有したガラスに対してエッチングを行うと、非常に高い強度を得ることができる。

【0012】上記特性を満足し得る磁気ダイスク用基板は、例えば重量百分率で SiO_2 :50～70%、 Al_2O_3 :5～20%、 B_2O_3 :6～20%、 ZnO :0～10%、 ZrO_2 :0～5%、 R_2O :7.5～20%（ R はアルカリ金属元素を表す）、 Ln_2O_3 :0～10%（ Ln はGd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, またはLuを表す）の組成を有するガラスから作製することができ、この組成を有するガラス基板は、上記特性に加え、ヒックマン強度、曲げ強度等の機械的強度が高く、ソーグライムガラスのように表面部に化学強化層を形成する必要がない。以下に、ガラスの組成範囲を

限定した理由を述べる。

【0013】 SiO_2 はガラスのマトリックスを作る多量の成分である。 SiO_2 が65%を超えると熱膨張係数が小さくなる傾向が強くなり、70%を超えると粘度が非常に高くなって溶解が難しく、調理、気泡の多いガラスとなる。一方、55%より少なくなると磁気ダイスク用ガラス基板として実用上求められる強度が得にくくなる傾向があり、50%未満ではアルカリ成分など水に対する移動酸化物の溶出量が増え、耐水性が大きく後述する。さらにヒックマン強度や曲げ強度が著しく低下する。

【0014】 Al_2O_3 はガラスの耐久性を向上させ、またガラスの失速を抑えるのに有効な成分である。上記効果を得るためには Al_2O_3 を5%以上含有させる必要がある。また8%以上含有させるとガラスのクラック発生抑制に有効である。一方、 Al_2O_3 が17%を超えると SiO_2 の場合と同様、熱膨張係数が小さくなる傾向があり、20%を超えるとガラスの粘度が高くなり溶解が困難になる。

【0015】 B_2O_3 はガラスの粘度を小さくして溶解を促進する。また適量の添加は耐水性の向上に効果がある。上記効果を得るためには B_2O_3 を6%以上含有させる必要がある。しかし15%を超えて含有させるとガラスの熱膨張係数が小さくなりやすく、また耐水性試験においてホリヤの溶出量が逆に多くなるため、化学的に不安定になりやすい。20%を超えるとさらに耐水性が後述するとともに溶融時の蒸発が多くなり、均質性の高いガラスが得られなくなる。

【0016】 ZnO を添加すると、ガラスの溶解を促進するとともに、ガラスの耐久性を向上させる効果がある。特に0.5%以上含有させるとその効果がより顕著になって好ましい。しかし6%を超えて含有させるとガラスの比重が大きくなり、磁気ダイスクを回転させるために必要なモーター駆動力を大きくする必要が生じ、10%を超えるとガラスの失速性が増し、均質性の高いガラスが得られなくなる。

【0017】 ZrO_2 を添加すると、ガラスの耐久性を向上させる効果がある。特に0.5～4%の範囲で含有させるとその効果がより顕著になって好ましい。しかし5%を超えて含有させるとガラス溶解が困難になるとともに、ガラスの失速性が増大する。 R_2O で表される Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 等のアルカリ金属酸化物は、ガラスの熱膨張係数を $60 \sim 100 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ に設定するのに必須の成分であり、また融剤としての作用も大きい。上記効果を得るためには R_2O が7.5%以上必要であり、特に11～18%の範囲で含有させると熱膨張係数が磁気ダイスク用ガラス基板として適正な値となり易い。しかし、20%を超えると熱膨張係数が大きすぎるとともに、ガラスからの溶出量が大幅に増えるため、信頼性の高い磁気ダイスクを得ることができなくなる。

る。

【0018】また R_2O を個別にみたとき、各成分の含まれる範囲は、 Li_2O が2～7%、 Na_2O が4～15%、 K_2O が0～15%である。特に Li_2O は、熱膨張係数を上げる効果が著しく、これを必須成分として使用するにより、結果的にアルカリ金属酸化物の含量を減らすことができるため、高い耐水性と $70 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 以上の比較的高い熱膨張係数の両立が容易に可能となる。なお Li_2O が2%未満では上記効果が得にくく、7%を超えると Li_2O の溶出量が多くなり、耐水性が低下しやすくなる。また Na_2O が4%未満では高い熱膨張係数を得ることが難しく、15%を超えると逆に熱膨張係数が高くなりすぎるとともに、ガラスからの溶出量が多くなりやすい。 K_2O が15%を超えるとガラス溶融時に蒸発が多くなって均質なガラスが得にくくなる。また Li_2O 、 Na_2O が重量比で0.4～0.6の範囲にあると、非常に高い耐水性が得られる。この値が0.4未満であると Na_2O の溶出量が多くなり易く、0.6を超えると Li_2O の溶出量が多くなり易い。

【0019】 Ln_2O_3 で表されるGd $_2\text{O}_3$ 、Er $_2\text{O}_3$ 等のランタノイド酸化物は、ガラスの強度を高める効果が*

5

(4) 6 特開2001-19466

*あるので添加することが好ましいが、5%を超えるとガラス中に内部応力が発生してクラック発生率が高くなり、10%を超えると密度が高くなったり、ガラスの失速性が増加し、安定したガラスの溶融ができなくなる。また Ln_2O_3 を含有した基板をエッチング処理することによって、非常に高いガラス強度を得ることが可能になる。この場合、 Ln_2O_3 の含有量が1～5重量%の範囲にあると効果的である。その他にも、例えば Ba^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Sb^{3+} 、 F^- 、 Cl^- 、等の清浄剤を1%まで、また特性の微調整や、耐水性の改善のために Tl_2O_3 、 $\text{R}'_2\text{O}$ （ $\text{R}' = \text{Ca}$ 、 Mg 、 Ba などのアルカリ土類金属）等を4%程度まで加えることができる。

【0020】

【発明の実施の形態】次に、本発明の基板の形態について説明する。図1～4は、本発明の基板例（材料No.1～20）を示している。なお比較のために、未強化のソーグライムガラス基板、従来の磁気ダイスク用ガラス基板として使用されているソーグライムガラス基板を化学強化したガラス基板、及び結晶化ガラス製ガラス基板を図5に示す。

【0021】

【表1】

材料No.	1	2	3	4	5
ガラス組成	SiO_2 87.4 Al_2O_3 5.2 B_2O_3 12.9 ZnO 0.9 Li_2O 10.3 Na_2O 1.0 K_2O 1.0 Gd_2O_3 2.2 Sb_2O_3 0.1	SiO_2 89.9 Al_2O_3 7.6 B_2O_3 10.4 ZnO 2.1 Li_2O 9.9 Na_2O 3.7 K_2O 6.1 Gd_2O_3 0.3 Sb_2O_3 0.3	SiO_2 81.7 Al_2O_3 7.7 B_2O_3 10.2 ZnO 1.9 Li_2O 10.3 Na_2O 3.7 K_2O 6.1 Gd_2O_3 0.3 Sb_2O_3 0.3	SiO_2 86.7 Al_2O_3 7.9 B_2O_3 10.2 ZnO 1.9 Li_2O 10.3 Na_2O 3.7 K_2O 6.1 Gd_2O_3 0.3 Sb_2O_3 0.3	SiO_2 83.4 Al_2O_3 8.5 B_2O_3 10.2 ZnO 2.1 Li_2O 10.3 Na_2O 3.7 K_2O 6.1 Gd_2O_3 0.3 Sb_2O_3 0.3
面取りR μm	1.000	0.899	0.814	0.921	1.054
アルカリ溶出量 JIS-R3502 [mg]	0.17	0.11	0.13	0.04	0.05
熱膨張係数 [$10^{-7}/^{\circ}\text{C}$]	66.0	67.5	66.9	66.8	61.0
ヒックマン強度	680	685	746	710	701
クラック発生率[%]	80	70	70	65	40
曲げ強度 [MPa]	165	203	210	201	198
エッチング処理後 の曲げ強度	480	510	632	658	603
ガラス用溶出量 [mg/l]	0.62	0.63	0.56	0.29	0.19
強度試験結果	○	○	○	○	○
円板強度 [MPa]	4.5	6.2	6.6	6.2	6.0
円板強度 [MPa]	10.2	17.2	18.9	18.5	12.4

【0022】

【表2】

11

12

材料No.	16	17	18	19	20
ガラス組成(重量%)	SiO ₂ 60.3 Al ₂ O ₃ 14.4 B ₂ O ₃ 8.3 ZnO 2.0 Li ₂ O 4.2 Na ₂ O 5.5 K ₂ O 5.0 CdO 2.0 Sb ₂ O ₃ 0.3	59.3 14.4 8.3 2.0 1.0 4.2 5.5 2.0 0.3	58.1 14.1 8.1 2.0 1.0 3.1 6.4 4.9 0.3	58.1 14.1 8.1 2.0 1.0 3.1 6.4 4.9 0.3	58.1 14.1 8.1 2.0 1.0 3.1 6.4 4.9 0.3
Li ₂ O/Na ₂ O	0.764	0.764	0.484	0.397	0.418
面積R _a [m]	0.810	0.810	0.750	0.802	0.812
アルカリ溶出量 JIS-A1502 [mg]	0.11	0.13	0.06	0.11	0.09
熱膨張係数 [10 ⁻⁶ /°C]	82.3	81.0	82.0	80.6	80.8
ピッカース硬度	700	703	715	712	718
クラック発生率[%]	20	30	10	20	10
角材強度 [MPa]	190	201	195	197	201
未処理 エッチング処理後	750	636	712	724	731
ガラス溶出量 [mg/l]	0.51	0.50	0.38	0.64	0.38
ガラス内部に 含まれる成分	○	○	◎	○	◎
円筒強度 [MPa]	6.0	6.6	6.2	6.6	6.6
未処理 エッチング処理後	16.6	15.8	18.2	17.0	17.4

[0025]

(表5)

材料	ソーダライムガラス	結晶化 ガラス
ガラス組成(重量%)	SiO ₂ 75.5 Al ₂ O ₃ 1.0 CaO 7.5 MgO 3.0 Li ₂ O 1.0 Na ₂ O 1.0 K ₂ O 1.0	75.5 8.9 8.9 0.5 1.1 3.2 —
面積R _a [m]	0.714	0.765
アルカリ溶出量 JIS-A1502 [mg]	0.48	測定せず
熱膨張係数 [10 ⁻⁶ /°C]	85.6	86.2
ピッカース硬度	620	711
クラック発生率[%]	100	100
角材強度 [MPa]	148	506
ガラス溶出量 [mg/l]	0.98	1.05
ガラス内部に 含まれる成分	×	×
円筒強度 [MPa]	4.8	17.9

[0026] 材料No. 1~20のガラス基板は以下のようにして調製した。まず、目的のガラス組成になるように定められた量の原料粉末を秤量して混合し、白金製の坩堝に入れて、電気炉中で1600℃で溶解し、白金製の坩堝に十分に溶解した後、掻き取りをガラス溶融液に挿入し、約4時間攪拌した。その後、掻き取りを取り出し、30分間静置した後、坩堝に溶融液を流し込むことによりガラス溶融液を得た。その後、各ガラスのガラス転移点付近までガラス溶融液を再加熱し、攪拌して強み取りを行った。

[0027] 次に、得られたガラス溶融液を約1.5mmの厚さの円筒形状にスライスし、内周、外周を同心円としてコブドリルを用いて切り出した。さらに、内周を外周をダイヤモールド加工を用いて面取り加工した。その後、両面を粗研磨し、次いでガラス溶融液を行い、電気炉でガラス用ガラス基板を作製した。本実施例における最終の寸法は、2.5"のガラス、すなわち外径65mm、内径50mm、厚さ0.635mmとした(以下、これを2.5"ガラスと呼ぶ)。

[0028] 図1に、本発明による電気炉でガラス基板の平面図を示す。この電気炉でガラス用ガラス基板10は、内周チャック部12、非情報記録部13、非情報記録部14を備える。ここで、非情報記録部14とは、内周チャック用のスベース、結合によって浮上している電気炉

13

(8)

14

炉が停止時に着座するためのC/S S (Contact Start Stop) ノーズであり、テラスチャックが形成されている。従って、情報記録部13は、非情報記録部となる。それ以外の図1 13は、実際にこの面上に磁気膜が形成されて電気記録が行われるため、情報記録部となる。

[0029] 図2は、本発明による電気炉でガラス基板の外周端面の断面図である。図2に示すように、このガラス基板10は外周チャック部15を有する。この図のように、チャック部15は45°に面取りされて使用されている。図示しないが、ガラス基板10の内周端面も同様に45°に面取りされた内周チャック部15を有する。

[0030] 図3は、比較例の化学強化ガラスの断面図である。化学強化ガラス20は表面に化学強化層21を有する。化学強化層21では、ガラス中のNaイオンのようなイオン半径の大きいイオンをKイオンのようなイオン半径の大きいイオンで置換することによって表面に圧縮応力に加え、強化している。また、置換されたKイオンは表面部ほど高濃度であるため、図にポイント線で表示したように表面部はKイオン濃度が高く、ガラス内部になるほどKイオン濃度が減少している。

[0031] 図4は、比較例の結晶化ガラスの断面図である。結晶化ガラス30の内周には、平均粒径0.05~0.10μmの微結晶粒子31が分散されている。この微結晶粒子31の存在により、クラックの成長を抑制し、その結果機械的強度を高めている。各材料について、電気炉でガラス基板の記録面の面積をR_a、面水性、熱膨張係数、ガラス基板表面のピッカース硬度、微小傷によるクラック発生率、ガラス母材の三点曲げ強度を以下の方法で評価した。面積R_aは、接触式面積計を用いて評価した。

[0032] ガラス母材の耐水性は、JIS-R3502に基く方法でアルカリ溶出量を測定した。JIS-R3502によるアルカリ溶出試験法について説明すると、まず以下の手順に従って試験の試験を行う。供試ガラスを良く洗浄し、乾燥した後、メノウ又は鋼性乳鉢で注意しながら粉砕する。次に、標準メノウ420μmを通し、標準メノウ250μmにとどまる大きさの粉末を5g取り、エチルアルコール(99.5重量%)で良く洗った後、乾燥させた後、約12.5℃の空気浴中で30分間乾燥し、デシケータ中で保存する。このように調整された材料から、供試ガラスの比重と同じグラム数を正確に量り取る。また、丸底ガラスコップに予め40ccの蒸留水を入れ、10分間以上蒸留水中に保持した供試ガラスをコップに投入し、さらに10ccの蒸留水で調整の内面に付着した試験液を洗い落とし、よく振り動かし、供試材料の上部が一様な平面を保つように安定させる。次に、希硫酸を取り付け、蒸留水中で60分間加熱する。次に、ガラスコップを水中から取り出し、直ちに流水で冷却し、内容物を蒸留ガラス皿に移動し、

メチルレッド指示薬3滴を加え、N/10.0硫酸で滴定する。また、同様な方法で試験を行い、結果を比較する。また、得られた結果は、原則として空気乾燥結果を差引いたN/10.0硫酸の消費cc数を0.31を乗じ、Na₂O mg数に換算して示す。

[0033] 熱膨張係数は、外径3.5mm×長さ50mmの円柱状の材料を作製し、ダイヤメータで30~38℃間の平均熱膨張係数を測定した。またピッカース硬度は、線面研削したガラスの表面にダイヤメータ圧子を100g~150gの条件で印加して凹みを作り、その凹みの大きさから測定した。なお、ガラスのピッカース硬度が小さいと、電気炉でガラスに衝突したときに、磁気膜がガラスごと凹んでしまうことがある。このことは、膜の破壊、データの読み書きに影響するため、ピッカース硬度は高いほうが好ましい。微小衝撃によるクラック発生率は、上記ピッカース硬度試験を500g~150gの条件で行い、圧痕の頂点からクラックが発生した圧痕の割合で評価した。本実施例では、圧痕を10点打ち込み、クラックする圧痕の割合を算出した。また、クラックは顕微鏡に増加していくので、圧痕を打ち込んだ1日後にクラック発生率を測定した。三点曲げ強度は、各基板から長さ0.635×4×40mmの短冊状の試験片を切り出し、端面を#1000で面取りした後、評価した。またエッチングによるガラス基板の曲げ強度の向上を評価するために、基板から切り出した試験片の各端面を沸騰液中で約30μmエッチングして厚さ0.635×4×40mmの短冊状材料を作製した後、三点曲げ強度を測定した。なおクロロヘキシレンは0.5mm/分とした。

[0034] その結果、本発明の実施例であるNo. 1~20の材料や、未強化のソーダライムガラス製基板、化学強化したソーダライムガラス製基板は、記録面の面積R_aが2mm以下と平滑度が高かったが、結晶化ガラス製基板のR_aは3.2mmと平滑度が不十分であった。耐水性については、本実施例の各材料はアルカリ溶出量が0.2mg以下と非常に少なかった。これに対して、未強化のソーダライムガラスは0.48mgと多かった。なお、この方法では、化学強化したソーダライムガラスや結晶化ガラスの耐水性は評価できないので、2.5"ガラスそのものを用いた、ダイヤス耐水性試験をわざわざ行った。

[0035] ダイス耐水性試験は、各ガラス基板を70℃の純水80ml中に2.4時間浸漬し、この純水中にガラスから溶出した成分量を水中の濃度で評価した。その結果、本実施例の各材料の溶出量は0.6mg/l以下であったのに対し、未強化のソーダライムガラスはNa₂OとCa₂Oが多量に溶出し0.98mg/lであった。さらに、化学強化したソーダライムガラスからは、K₂OとCa₂Oが1.0mg/lを超える溶出量があった。このように、JIS-R3502で0.2mg以下を示す本発明

50

のガラス基板のダイスク耐水性試験での溶出量は、ソーダライムガラスのそれより3割以上少なく、また、ソーダライムガラスを化学強化すると、未強化のガラスよりダイスク耐水性が低下することが確かめられた。また、結晶化ガラスのダイスクもLiイオンの溶出が多く、1.52mg/Lのアルカリ溶出量となった。

【0036】次に、JIS-R3502で評価される耐水性と磁気ダイスク用ガラス基板の耐水性との関係を調べるため、これらのガラス基板の恒温恒湿試験を行った。

試験条件は、60℃、90%RH、48時間とした。結果には、ガラス表面上、明らかな析出物が確認されるものを“×”、目視ではほとんど変化していないものを“○”、顕微鏡下における観察でも全く変化していないものを“◎”で表した。この結果、ソーダライムガラスは、化学強化、未強化ともに針状の結晶が析出し、特に化学強化基板の析出量が多く“×”となった。この成分を分析したところCa、Na、K等、耐水性試験で溶出するガラス成分が主であり、ダイスク溶出試験で溶出した成分と一致した。本発明の磁気ダイスク用ガラス基板の表面は、ほとんど変化がなく、“○”や“◎”であった。さらに詳細にみてみると、試料No.4〜7、9、10、18、及び20では、JIS-R3502で測定されるアルカリ溶出量が0.1mg以下となり、このことを恒温恒湿試験において◎であった。一方、試料No.1〜3、8、11〜17、及び19ではアルカリ溶出量が0.1mg超、2mg以下となり、このとき恒温恒湿試験では○であった。

【0037】このことから、磁気ダイスクとしての耐水性は、JIS-R3502によるアルカリ溶出量と密接な関係があり、高い耐水性を得るためには、JIS-R3502によって測定されるアルカリ溶出量の値が0.2mg以下、より好ましくは0.1mg以下であることが必要と判断される。さらにこの関係をアルカリ成分比に着目して検討した。ガラスの溶出元素を調べてみると、Li₂O量が比較的多いガラスではLiが、またNa₂O量が比較的多いガラスではNaが顕著に溶出していることが分かった。そこで各ガラスのLi₂O/Na₂O質量比を見てみると、アルカリ溶出量が0.1mg以下であり、恒温恒湿試験が◎である試料No.4〜7、9、10、18、及び20では、この比が0.4〜0.6の範囲にあった。一方、アルカリ溶出量が0.1〜0.2mgの範囲にあり、恒温恒湿試験が○である試料No.1〜3、8、11〜17、及び19では、Li₂O/Na₂O比が0.4未満又は0.6を超える値となっていた。なおLi₂O/Na₂O比が0.4未満の場合はNaが溶出し、また0.6を超えるものはLiが溶出がそれぞれ顕著であった。

【0038】以上のことから、Li₂O/Na₂O比が0.4〜0.6であれば、アルカリ溶出量が少なく、非常に高い化学的耐久性が得られることが分かった。 50

膨張係数は、各試料ともスピンデルとのチヤンジ性に問題が生じない60〜100×10⁻⁷/℃の範囲にあった。ピッカース硬度は、未強化のソーダライムガラスは620、化学強化のソーダライムガラスは711、結晶化ガラスは742であった。これに對して、本発明の各試料では700前後あり、化学強化したソーダライムガラス並の高い値を示した。

【0039】微小衝撃によるクラック発生率を見ると、ソーダライムガラスでは未強化品、強化品とも全数の圧痕頂点からクラックが発生していた。強化品ではクラックの長さは短くなっていたものの、圧痕頂点以外からも無数の短いクラックが発生しており、圧痕が打ち込まれた領域でガラスが細かく破壊していた。結晶化ガラス基板の場合も同様で、全ての圧痕頂点からクラックが発生した。一方、本発明のガラス基板では、クラック発生率が10〜80%であり、特にA₁O₃含有量が8%以上の場合ではクラック発生率が50%以下となっており、非常に優れた耐クラック性を有することが分かった。クラック発生率の高いガラスを用いて、磁気ダイスクを製作した場合、何らかの理由によりヘッドがダイスク表面に衝突した際、表面の微小部分でチッピングが生じる可能性がある。ヘッド衝撃試験により、500g〜15秒間のピッカース圧子印加条件下でチッピング発生率が50%以下であれば、このようなチッピングを起すことが少ないことが分かった。このことから、クラック発生率は50%以下であることが望ましい。

【0040】本発明の各試料の三点曲げ強度は、エンチング処理をしていない試料が165〜214MPaであり、化学強化ガラスや結晶化ガラスには及ばないものの、未強化のソーダライムガラスより30%程度高い値を示した。磁気ダイスク用として現在大量に使用されているアルミニウム基板の降伏点が約100MPaであることから、本発明の磁気ダイスク用ガラス基板の曲げ強度は、十分に高いと考えられる。またエンチング処理を施した各試料は、曲げ強度が415MPa以上であり、化学強化ガラスと同等以上の値を示した。それゆえ、ガラス基板の内外周の端部や面取り面をエンチング処理することにより、化学強化ガラス基板並の耐衝撃性を有しつつ、その欠点である配線面のアルカリ溶出や微小衝撃によるクラックの発生を大幅に改善することが可能である。

【0041】またGa₂O₃、E₂O₃等の希土類酸化物を含有した試料No.3、4、7、8、11、及び14〜20のガラスでは、エンチング処理することにより632MPa以上という非常に高い三点曲げ強度が得られた。これは化学強化したソーダライムガラスの三点曲げ強度(506MPa)よりも高い値であった。次に2.5°のダイスク基板形状での強度を以下の方法により評価した。2.5°基板の内周部の上部に、外径2.2mmφの円環を載せ、また内径6.3mmφ、外径6.5mmφ

の円環の基板の下部に設置した後、円環に荷重をかけて破壊強度を測定した。この強度を円環強度と称する。この試験法により、エンチング有無の双方の場合について基板の強度を評価した。

【0042】本発明例において、エンチングしていない基板では円環強度は4.5〜6.6kgfであったが、エンチングした基板については10kgf以上になっていることが分かった。さらに希土類を含有した基板では、強度上昇の度合いが大きく、15kgf以上の荷重が得られた。以上のことから、基板をエンチングすることにより、高い機械的強度が得られた。また希土類を有させることにより、さらに良好な強度特性が得られることが分かった。

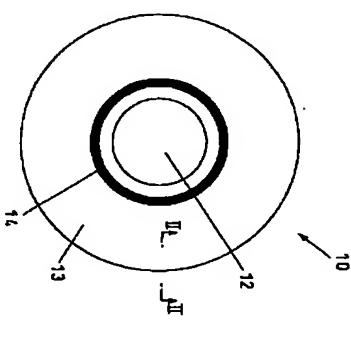
【0043】
【発明の効果】本発明の磁気ダイスク用ガラス基板は、

十分に平滑な配線面を持ち、耐水性が高く、60〜100×10⁻⁷/℃の熱膨張係数を持つ。また機械的強度が高く、高記録密度、高信頼性が要求される磁気ダイスクの基板材料として最適である。

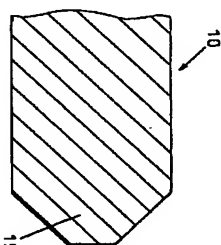
【図面の簡単な説明】
【図1】磁気ダイスク用ガラス基板の平面図。
【図2】磁気ダイスク用ガラス基板の内周及び外周端部の断面模式図。
【図3】化学強化ガラスの断面模式図。
【図4】結晶化ガラスの断面模式図。

【符号の説明】
10…磁気ダイスク用ガラス基板、12…内部チヤンジ部、13…情報記録部、14…非情報記録部、15…チヤンジ部、20…化学強化ガラス、21…化学強化層、30…結晶化ガラス、31…微結晶粒子

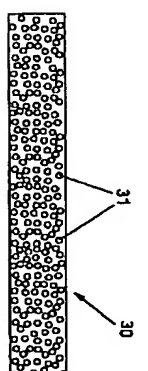
【図1】



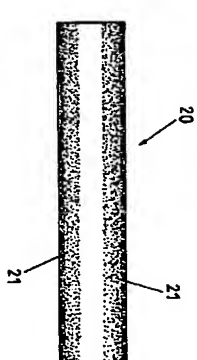
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 清川 孝

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 内藤 孝

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72) 発明者	加藤 章	Fターム(参考)	4G062 AA18 BB01 BB05 DA06 DB03
	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社		DB04 DC03 DC04 DD01 DE01
	社日立製作所システム事業部内		DE02 DE03 DF01 EA03 EB03
(72) 発明者	武島 典幸		EB04 EC01 EC02 EC03 EC04
	神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社		ED01 EE01 EF01 EG01 FA01
	社日立製作所システム事業部内		FA10 FB01 FC01 FC02 FC03
(72) 発明者	斎藤我郎 裕幸		FD01 FE01 FF01 FG01 FH01
	滋賀県大津市晴風2丁目7番1号 日本電		FJ01 FK01 FL01 GA01 GA10
	気硝子株式会社内		GB01 GC01 GD01 GE01 HH01
(72) 発明者	小林 正宏		HH03 HH05 HH07 HH09 HH11
	滋賀県大津市晴風2丁目7番1号 日本電		HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01
	気硝子株式会社内		JJ03 JJ05 JJ07 JJ10 KK01
			KK03 KK04 KK05 KK06 KK07
			KK08 KK10 MM27 NN30 NN33
			NN34
			SD006 CB04 CB07 DA03 FA02